

平成 30 年 10 月 19 日
事 務 連 絡

建設業労働災害防止協会 会長 殿

厚生労働省労働基準局安全衛生部
化学物質対策課環境改善室長

3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタン (MOCA) に関する
当面の作業環境測定方法について

日頃から安全衛生行政の推進に御理解御協力を賜り厚くお礼申し上げます。

標記については、平成 30 年 10 月 19 日付け基安労発 1019 第 2 号、基安化発 1019 第 2 号「3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタン (MOCA) による健康障害の防止対策の徹底について」の記の 4 により、当分の間、作業環境測定基準（昭和 51 年労働省告示第 46 号）に基づく従来のろ過捕集方法に加え、別途示す米国労働安全衛生庁 (OSHA) が示す方法を参考とした測定も併用することが望ましい旨お知らせしたところです。

別途示すとしておりました内容は別紙のとおりですので、貴団体におかれましては、下記にご留意の上、対応可能な範囲で別紙の方法に基づく追加的な測定を行うことについて、貴会関係事業場に対し周知いただきますようお願いいたします。

記

- 1 米国労働安全衛生庁 (OSHA) では、MOCA の測定方法として 2 に示す硫酸含浸フィルターを用いた方法 (Method 71) を示しており、現行のろ過捕集方法に加えてガス状の MOCA も捕集できる方法として利用可能と考えられることから、事業者からの要請に基づき、各測定機関において当該方法について必要な確認を行ったうえで、対応可能な範囲で当該方法に基づく追加的な測定を行っていただきたいこと。
- 2 米国労働安全衛生庁 (OSHA) が示す方法は別紙の OSHA Method 71 (仮訳) のとおりであること。
- 3 この手法で用いられている硫酸含浸フィルターをセットしたカセット及びパーフルオロ酪酸無水物 (CAS No. 336-59-4) は日本国内でも入手可能であること。

別紙

米国労働安全衛生庁 (OSHA) Method No. 71 (1989 年 7 月)
 3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン (MOCA) の測定分析法 (仮訳)
 原文 : <https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/organic/org071/org071.html>
 (MOCA 部分の捕集・分析のみ抜粋)

<p>要約</p> <p>Matrix : 気中濃度測定</p> <p>手法 : スペーサーによって区分された 2 枚の硫酸ガラスファイバーフィルターを装着したクロズドフェースの 3 ピースカセットに、既知の流量で吸引して試料を採取する。</p> <p>捕集後のフィルターを捕集後 10 時間以内に、2ml の脱イオン水とともに、それぞれバイアルビンにいれる。定量はアミンをパーフルオロ酪酸無水物で誘導体化し、GC-ECD 法により分析する。</p> <p>推奨されるサンプリング流量と採取空気量 : 1 L/min で 100L 捕集</p> <p>この手法の目標濃度 MOCA : 20 ppb (218 $\mu\text{g}/\text{m}^3$)</p> <p>定量下限 : 40 ppt (440 ng/m^3)</p> <p>目標濃度における標準誤差 : 5.8%</p>	<p>Matrix: Air</p> <p>Procedure: Samples are collected closed-face by drawing known volumes of air through sampling devices consisting of three-piece cassettes, each containing two sulfuric acid-treated glass fiber filters separated by a spacer. The sample filters are transferred to separate glass vials containing 2 mL of deionized water within 10 h after sampling. Quantitation is performed by analyzing the heptafluorobutyric acid anhydride derivatives of the amines by gas chromatography using an electron capture detector.</p> <p>Recommended air volume and sampling rate: 100 L at 1 L/min</p> <table><tr><td></td><td>o-Dianisidine</td><td>MOCA</td><td>o-Tolidine</td></tr><tr><td>Target conc.: ppb ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)</td><td>1 (10)</td><td>20 (218)</td><td>1 (8.7)</td></tr><tr><td>Reliable quantitation limits: ppt (ng/m^3)</td><td>1.2 (12)</td><td>40 (440)</td><td>1.3 (11)</td></tr></table> <p>Standard errors of estimate at the target concentration: (Section 4.7)</p> <table><tr><td></td><td>7.8%</td><td>5.8%</td><td>8.0%</td></tr></table>		o-Dianisidine	MOCA	o-Tolidine	Target conc.: ppb ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	1 (10)	20 (218)	1 (8.7)	Reliable quantitation limits: ppt (ng/m^3)	1.2 (12)	40 (440)	1.3 (11)		7.8%	5.8%	8.0%
	o-Dianisidine	MOCA	o-Tolidine														
Target conc.: ppb ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	1 (10)	20 (218)	1 (8.7)														
Reliable quantitation limits: ppt (ng/m^3)	1.2 (12)	40 (440)	1.3 (11)														
	7.8%	5.8%	8.0%														

<p>略</p> <p>測定方法のステイタス：評価済みの方法。この方法は、有機化合物の分析方法評価部門により確立した評価を受けた。</p>	<p>Special requirements: Samples for o-dianisidine must be shipped and stored at 0°C or colder to minimize loss of analyte. These samples should be analyzed as soon as possible.</p> <p>Status of method: Evaluated method. This method has been subjected to the established evaluation procedures of the Organic Methods Evaluation Branch.</p>
<p>1. 総論</p> <p>1.1. 背景 (抄)</p> <p>1.1.1. これまで</p> <p>MOCA の大気中濃度を決定するための以前の OSHA 推奨の手順は、0.1N HCl を含んでいるバブラー (以下「インピンジャー」という。) (ref. 5.1) を含んでいるインピンジャーによるものだった。遊離したアミンは、紫外検出器を用いて HPLC で測定された。MOCA の分析法は検証されたものであったが、インピンジャーによるエアロゾルの捕集効率がどの程度であるか確かでない。また、インピンジャーは、個人用サンプラーとしては不便なものである。</p> <p>ベンジンジン、3,3'-ジクロベンジン、2,4-トルエンジアミン、2,6-</p>	<p>1. General Discussion</p> <p>1.1. Background</p> <p>1.1.1. History</p> <p>The previous OSHA-recommended procedures to determine airborne concentrations of o-dianisidine, MOCA, and o-tolidine involved collection with an untreated glass fiber filter, a bubbler containing 0.1 N HCl, and a bubbler containing isopropyl alcohol, respectively (Ref. 5.1). The free amines were determined by high-performance liquid chromatography using an ultraviolet detector. The procedures for o-dianisidine and o-tolidine were OSHA laboratory in-house methods which were never fully validated and although the MOCA procedure had been validated, it is not certain how efficient a bubbler is for collection of aerosols. Also bubblers are an inconvenient means for taking personal air samples.</p> <p>Methodology exists which has previously been validated for benzidine, 3,3'-dichlorobenzidine, 2,4-toluenediamine, 2,6-toluenediamine (Ref. 5.2)</p>

<p>トルエンジアミン、4,4'-メチレンジアニリンに対して以前から有効である方法論が存在する。空気サンプルの捕集は硫酸処理されたグラスファイバーフィルター上でのサンプルも含む。そのため、捕集されたアミンはフィルター上で、より安定し、より揮発性の低い対応するアミンの塩に変換される。さらにサンプルの安定性を高めるために、フィルターは2mlの脱イオン水を入れた小さなバイアルびんに捕集後10時間以内に浸けておく。分析はアミンの塩を水酸化ナトリウムを加えることでフリーアミンに変換し、アミンをトルエンに抽出し、トルエン抽出物の一部を分取し、パーフルオロ酪酸無水物との反応によりフリーアミンを抽出物内で誘導体化する。反応は次のとおりである。</p> $\text{RNH}_2 + (\text{C}_3\text{F}_7\text{CO})_2\text{O} \rightarrow \text{RNHCOC}_3\text{F}_7 + \text{C}_3\text{F}_7\text{COOH}$ <p>有害性、性状、定量下限、検出下限等は略</p>	<p>and 4,4'-methylenedianiline (Ref. 5.3). The collection of air samples involves sampling on glass fiber filters that had been treated with sulfuric acid. Thus the collected amines are converted to the more stable and less volatile corresponding amine salts on the filter surface. To further enhance the stability of samples, the filters are transferred to small vials containing 2 mL of deionized water within 10 h after sampling. The analysis involves converting the amine salts to free amines by addition of sodium hydroxide, extracting the amines into toluene, removing a portion of the toluene extract, and derivatizing the free amines in the extract with heptafluorobutyric acid anhydride (HFAA) according to the reaction</p> $\text{RNH}_2 + (\text{C}_3\text{F}_7\text{CO})_2\text{O} \rightarrow \text{RNHCOC}_3\text{F}_7 + \text{C}_3\text{F}_7\text{COOH}$ <p>(1.1.- Toxic effects, Potential workplace exposure, Physical properties and other descriptive information)</p> <p>(1.2.- Limit defining parameters, Advantages, Disadvantages)</p>
<p>2. 試料採取方法</p> <p>2.1. 器具</p> <p>2.1.1. 試料は個人サンプラー用ポンプを使用して、採取用フィルターを通じ、推奨される流速±5%の範囲で採取される。</p> <p>2.1.2. 試料はクローズドフェースの3ピースカセットにセットした、2枚の硫酸処理 37mm Gelman 型 A/E グラスファイバーフィルターで採取される。フィルターは各々0.26N 硫酸 0.5ml を含浸させて準備する。</p> <p>(0.26N 硫酸は、36N 硫酸 1.5ml を脱イオン水 (deionized water) で 200ml</p>	<p>2. Sampling Procedure</p> <p>2.1. Apparatus</p> <p>2.1.1. Samples are collected by use of a personal sampling pump that can be calibrated within ±5% of the recommended flow rate with the sampling filter in line.</p> <p>2.1.2. Samples are collected closed-face using a sampling device consisting of two sulfuric-acid treated 37-mm Gelman type A/E glass fiber filters contained in a three-piece cassette. The filters are prepared by soaking each filter with 0.5 mL of 0.26 N sulfuric acid. (0.26 N sulfuric</p>

<p>に希釈して準備する。) フィルターは 100°C オープンで 1 時間、乾燥させ、37 mm の 3 ピースカセットへサポートパッド無しでセットする。前段フィルターはスペーサーにより後段フィルターと離しておく。カセットは、収縮バンドで密封され、端はプラスチックプラグで栓をする。</p> <p>2. 1. 3. 抽出に使用するバイアルびんは少なくとも 7 ml 容量のものが、試料運搬と保存のために必要である。バイアルキャップはテフロンパッキンを使用するものが推奨される。</p> <p>2. 2. 試薬</p> <p>脱イオン水が、2. 1. 3 に記述の抽出に必要である。</p> <p>2. 3. サンプルング手順</p> <p>2. 3. 1. サンプルングの直前にプラスチックプラグをフィルターカセットから取り外す。</p> <p>2. 3. 2. カセットを採取ポンプに柔軟なチューブで取り付けるとともに、作業者の呼吸域にカセットを装着する。</p> <p>2. 3. 3. サンプルング後、カセットをプラスチックプラグで、フィルターをバイアルびんに移すまで封印する。</p> <p>2. 3. 4. サンプルング後の 10 時間以内の適当な時間に、フィルターをカセットから注意深く取り外し、それぞれのフィルターを別々のバイアルびんに移す。約 2 ml の脱イオン水を各バイアルびんに加える。これはフィルターをバイアルびんに入れる前でも後でも良い。</p>	<p>acid can be prepared by diluting 1.5 mL of 36 N sulfuric acid to 200 mL with deionized water.) The filters are dried in an oven at 100°C for 1 h and then assembled into three-piece 37-mm polystyrene cassettes without support pads. The front filter is separated from the back filter by a polystyrene spacer. The cassettes are sealed with shrink bands and the ends are plugged with plastic plugs.</p> <p>2.1.3. Small sealable vials capable of holding at least 7 mL of liquid are needed for sample shipment and storage. Glass scintillation vials with caps containing Teflon liners are recommended.</p> <p>2.2. Reagents</p> <p>Deionized water is needed for addition to the vials described in Section 2.1.3.</p> <p>2.3. Sampling technique</p> <p>2.3.1. Immediately before sampling, remove the plastic plugs from the filter cassettes.</p> <p>2.3.2. Attach the cassette to the sampling pump with flexible tubing and place the cassette in the employee's breathing zone.</p> <p>2.3.3. After sampling, seal the cassettes with plastic plugs until the filters are transferred to the vials containing deionized water.</p> <p>2.3.4. At some convenient time within 10 h of sampling, carefully remove the filters from the cassettes and individually transfer them to separate vials. Add approximately 2 mL of deionized water to each vial. This can be done before or after the filters are transferred.</p>
---	--

<p>2.3.5. そのバイアルびんは form21 のシール材で長手方向に封印する。</p> <p>2.3.6. 略</p> <p>2.3.7. 少なくとも一つはブランクフィルターを各々の試料セットで提出する。ブランクフィルターは空気試料と同様に取り扱うこと。しかし、それらのフィルターにサンプリングしない。</p> <p>2.3.8. 各試料で採気量 (L) を記録する。可能性のある妨害物質についても記録する。</p> <p>2.4. 保持率</p> <p>保持率試験は、採気量 100L (76%相対湿度) で 1 L/分で、6 サンプルのフィルターを通じて行われた。そのフィルターには 21.8 µg MOCA を添加した。バックアップパッドの使用に代えて、ブランク硫酸処理フィルターを使用した。分析の結果、前段のフィルターには平均して添加量の 101.5% (SD = 4.5) が検出された。後段のフィルターには MOCA は検出されなかった。</p> <p>2.5. 抽出効率</p> <p>2.5.1. 各アミンの目標濃度で添加した各アミンの 6 枚のフィルターからの平均抽出効率は、MOCA で 95.7 %であった。</p>	<p>2.3.5. Seal the vials lengthwise with OSHA Form 21.</p> <p>2.3.6. Ship and store samples for o-dianisidine at 0°C or colder.</p> <p>2.3.7. Submit at least one blank filter with each sample set. Handle the blank filters in the same manner as the air samples, but draw no air through them.</p> <p>2.3.8. Record air volumes (in liters) for each sample, along with any potential interferences.</p> <p>2.4. Retention efficiency</p> <p>A retention efficiency study was performed by drawing 100 L of air (76% relative humidity) at 1 L/min through six sample filters that had been spiked with 1.00 µg of o-dianisidine. Instead of using backup pads, blank acid-treated filters were used as backups in each cassette. Upon analysis, the top filters were found to contain an average of 90.1% (SD = 5.4) of the spiked amount. There was no o-dianisidine found on the bottom filters. Similar tests were done for 21.8 µg of MOCA and 0.868 µg of o-tolidine. Upon analysis, the top filters were found to contain an average of 101.5% (SD = 4.5) and 100.6% (SD = 4.2) of the spiked amounts of MOCA and o-tolidine respectively. There were no detectable amounts of these two analytes found on the backup filters.</p> <p>2.5. Extraction efficiency</p> <p>2.5.1. The average extraction efficiencies from six filters for each amine spiked at the target concentrations were 97.2, 95.7, and 99.2% for o-dianisidine, MOCA, and o-tolidine respectively. (Section 4.9)</p>
---	--

<p>2.5.2. 抽出される誘導体化試料の安定性は、24 時間後、新鮮な標準を用いて上記試料を再分析することにより検証した。再分析された試料の平均抽出効率、MOCA で 93.5 %であった。(Section 4.9 参照)</p> <p>2.6. 推奨採気量、サンプリング流速</p> <p>2.6.1. 推奨採気量 100L</p> <p>2.6.2. 推奨サンプリング流速 1 L/min</p> <p>2.6.3. サンプリング量が少ない場合、定量下限は大きくなる。</p> <p>2.7. 妨害物質 (捕集時)</p> <p>2.7.1. 処理フィルター上の硫酸に反応するもの、MOCA と反応するものはサンプリングにおける妨害物質である。</p> <p>2.7.2. 疑わしき妨害物質は提出試料とともに分析施設へ報告されなくてはならない。</p> <p>2.8. 安全上の注意</p> <p>2.8.1. サンプラーを作業者につけるのは安全と作業の妨害とならないようにする。</p> <p>2.8.2. サンプリングに際しても作業場の安全手順に従う。</p>	<p>2.5.2. The stability of extracted and derivatized samples was verified by reanalyzing the above samples 24 h later using fresh standards. The average extraction efficiencies for the reanalyzed samples were 98.9, 93.5, and 100.0% for o-dianisidine, MOCA, and o-tolidine respectively. (Section 4.9)</p> <p>2.6. Recommended air volume and sampling rate</p> <p>2.6.1. The recommended air volume is 100 L.</p> <p>2.6.2. The recommended sampling rate is 1 L/min.</p> <p>2.6.3. If a smaller air volume is desired, the reliable quantitation limits will be larger. For example, the reliable quantitation limit for o-dianisidine for a 15-L air sample would be 8.0 ppt.</p> <p>2.7. Interferences (sampling)</p> <p>2.7.1. Any compound in the sampled air that will react with the sulfuric acid on the treated filters or with the collected analyte is a potential sampling interference.</p> <p>2.7.2. Suspected interferences should be reported to the laboratory with submitted samples.</p> <p>2.8. Safety precautions (sampling)</p> <p>2.8.1. Attach the sampling equipment to the employees so that it will not interfere with work performance or safety.</p> <p>2.8.2. Follow all safety procedures that apply to the work area being sampled.</p>
--	---

<p>3. 分析方法：</p> <p>3.1. 機器・器具</p> <p>3.1.1. ECD 検出器を備えた GC を用いる。この評価では、ヒューレットパッカート 5890A ガスクロマトグラフをニッケル 63 電子検出器と 7673A オートサンプラーを使用した。</p> <p>3.1.2 GC のカラムは溶媒と妨害物質からアミン誘導体を分離することが可能なカラムを使用する。この評価では、スぺルコ社製のフューズドシリカのカラム 15m-0.32mm i. d. (1.0 μm 膜厚) SPB-5 を使用した。</p> <p>3.1.3. インテグレータ、またはピーク面積又は高さを測定する方法。評価にはヒューレットパッカート 18652A A/D 変換器を装備したヒューレットパッカート 3357 研究用自動データシステムを使用した。</p> <p>3.1.4. テフロン製ライナー付きのふたのついた 4ml 容量の小型の密閉できるバイアルびん</p> <p>3.1.5. 2.0ml を分取できるディスペンサ又はピペット</p> <p>3.1.6. 水酸化ナトリウムと緩衝溶液の 1ml を分取できるピペット（繰り返しピペット）</p> <p>3.1.7. 一つは HFAA（パーフルオロ酪酸無水物）の 25μL を分取し、もう一つは 50μL の MOCA 試料と標準物質を分取するためのピペット</p> <p>3.1.8. 試料抽出後にトルエン層を分取するための使い捨てピペット</p> <p>3.2. 試薬</p> <p>3.2.1. 試薬特級 NaOH から調製した飽和水酸化ナトリウム溶液と 0.5 N 水酸化ナトリウム溶液</p> <p>3.2.2. 高度精製されたトルエン（米国 Burdick and Jackson” High</p>	<p>3. Analytical Procedure</p> <p>3.1. Apparatus</p> <p>3.1.1. A GC equipped with an electron capture detector. For this evaluation, a Hewlett-Packard 5890A Gas Chromatograph equipped with a Nickel 63 electron capture detector and a 7673A Automatic Sampler was used.</p> <p>3.1.2. A GC column capable of separating the amine derivatives from the solvent and interferences. A 15-m \times 0.32-mm i.d. (1.0-μm film) SPB-5 fused silica column purchased from Supelco, Inc. was used in this evaluation.</p> <p>3.1.3. An electronic integrator or some other suitable means of measuring peak areas or heights. A Hewlett-Packard 18652A A/D converter interfaced to a Hewlett-Packard 3357 Lab Automation Data System was used in this evaluation.</p> <p>3.1.4. Small resealable vials with Teflon-lined caps capable of holding 4 mL.</p> <p>3.1.5. A dispenser or pipet for toluene capable of delivering 2.0 mL.</p> <p>3.1.6. Pipets (or repetitive pipets with plastic or Teflon tips) capable of delivering 1 mL, for dispensing the sodium hydroxide and buffer solutions.</p> <p>3.1.7. Repetitive pipets, one to deliver 25 μL of HFAA and one to transfer 50-μL aliquots of MOCA samples and standards.</p> <p>3.1.8. Disposable pipets to transfer the toluene layers after the samples are extracted.</p> <p>3.2. Reagents</p> <p>3.2.1. Saturated and 0.5 N NaOH solutions, prepared from reagent grade NaOH.</p> <p>3.2.2. Toluene. American Burdick and Jackson "High Purity Solvent" brand</p>
---	--

<p>Purity Solvent” ブランドを使用)</p> <p>3.2.3. パーフルオロ酪酸無水物 (HFAA) (Pierce chemical company の HFAA を使用)</p> <p>3.2.4. 136 g の試薬級リン酸カリウムと 1 L の脱イオン水から調製したリン酸緩衝液。飽和水酸化ナトリウム溶液を用いて pH を 7.0 に合わせておく。</p> <p>3.2.5. 試薬特級 MOCA。 (CTC Organic の MOCA を使用)。</p> <p>3.3. 標準の準備</p> <p>3.3.1. 警告。MOCA は、ヒトに対する発がん性がある物質である。純粋な物質と高濃度の標準溶液の使用は管理された場所に制限すること。純粋なアミンをトルエンで希釈することによって、標準溶液を準備する。2.0 ml のトルエンが入っているバイアルびんに希釈した標準物質をマイクロリットル量で注入することにより分析用標準を準備する。ECD 検出器の直線範囲に目標濃度 (100 L の空気のサンプルのための 20 ppb) がおさまるよう、必要に応じさらに希釈する。2.0 ml のトルエンが入っているバイアルびんに加えることで行うことができる。</p> <p>3.3.2. HFAA の 25 μL をそれぞれのバイアルびんに入れる。キャップをしてバイアルびんを 10 秒間振る。</p>	<p>toluene was used.</p> <p>3.2.3. Heptafluorobutyric acid anhydride (HFAA). HFAA from Pierce Chemical Company was used.</p> <p>3.2.4. Phosphate buffer, prepared from 136 g of reagent grade potassium dihydrogen phosphate and 1 L deionized water. The pH is adjusted to 7.0 with saturated sodium hydroxide solution.</p> <p>3.2.5. o-Dianisidine, MOCA, o-tolidine, reagent grade. The o-dianisidine used in this evaluation was purchased from Aldrich Chemical Company, Inc., Milwaukee WI. The MOCA and o-tolidine were purchased from CTC Organics, Atlanta, GA.</p> <p>3.3. Standard preparation</p> <p>3.3.1. CAUTION. THESE AROMATIC AMINES ARE OR SHOULD BE CONSIDERED CARCINOGENIC TO HUMANS. Restrict use of pure compounds and concentrated standards to regulated areas. Prepare concentrated stock standards by diluting the pure amines with toluene. Prepare analytical standards by injecting microliter amounts of diluted stock standards into vials that contain 2.0 mL of toluene. In order to keep the response of MOCA standards which are at or around the target concentration (20 ppb for a 100-L air sample) in the linear range of the electron capture detector used, a furtherdilution was required. This was accomplished by adding 50-μL aliquots of the MOCA analytical standards to vials containing 2.0 mL of toluene.</p> <p>3.3.2. Add 25 μL of HFAA to each vial. Recap and shake the vials for 10 s.</p> <p>3.3.3. After allowing 10 min for the derivatives to form, add 1 mL of buffer</p>
---	--

<p>3.3.3. 誘導体化のため 10 分間静置し、過剰な HFPA を分解して、生成したパーフルオロ酪酸を抽出するために、1 ml の緩衝液を各々のバイアルびんに加える。</p> <p>3.3.4. ふたをして、10 秒間振る。</p> <p>3.3.5. 2 層を分離させた後に、GC によって各々のトルエン層（上層）の標準物質を分析する。</p> <p>3.3.6. 試料溶液と分析用標準溶液とをひとまとめにする。試料濃度が準備した標準溶液より高い濃度範囲ならば、探知器反応を確かめるか、希釈剤としてトルエンを用いてその試料溶液のトルエン抽出物を分取して誘導体化するため、追加の標準液を準備する。</p> <p>3.4. 試料調製</p> <p>3.4.1. 試料採取後のサンプルフィルタを、脱イオン水が入っているバイアルびんに入れる。</p> <p>3.4.2. 1 ml の 0.5N NaOH と 2.0 ml のトルエンを各々のバイアルびんに加える。</p> <p>3.4.3. ふたをして、10 分間びんを振る。</p> <p>3.4.4. （中略）MOCA サンプル分析のため、各々 2.0ml のトルエンを入れたバイアルびんに、各々のサンプルのトルエン層の 50 μL 分取して移しておく。</p> <p>3.4.5. 25 μL の HFPA を各々のバイアルびんに加える。ふたをして、10 秒間バイアルびんを振る。</p> <p>3.4.6. 誘導体化のための 10 分間のあと、過剰な HFPA を分解して、生成</p>	<p>to each vial to destroy the excess HFPA and to extract the heptafluorobutyric acid that is formed.</p> <p>3.3.4. Recap and shake the vials for 10 s.</p> <p>3.3.5. After allowing the two layers to separate, analyze the toluene (upper) layer of each standard by GC.</p> <p>3.3.6. Bracket sample concentrations with analytical standard concentrations. If sample concentrations are higher than the upper range of prepared standards, prepare additional standards to ascertain detector response or derivatize a smaller aliquot of the toluene extract of the high samples using toluene as the diluent.</p> <p>3.4. Sample preparation</p> <p>3.4.1. The sample filters are received in vials containing deionized water.</p> <p>3.4.2. Add 1 mL of 0.5 N NaOH and 2.0 mL of toluene to each vial.</p> <p>3.4.3. Recap and shake the vials for 10 min.</p> <p>3.4.4. If the samples are to be analyzed for o-dianisidine or o-tolidine, allow the layers to separate and transfer approximately 1 mL of the toluene (upper) layer of each sample to separate vials with clean disposable pipets. For MOCA samples, allow the layers to separate and transfer a 50-μL aliquot of the toluene layer of each sample to separate vials, each containing 2.0 mL of toluene.</p> <p>3.4.5. Add 25 μL of HFPA to each vial. Recap and shake the vials for 10 s.</p> <p>3.4.6. After allowing 10 min for the derivatives to form, add 1 mL of buffer to each vial to destroy the excess HFPA and to extract the</p>
--	--

<p>するパーフルオロ酪酸を抽出するために、1ml の緩衝液を各々のバイアルびんに加える。</p> <p>3.4.7. ふたをして、10 秒間バイアルびんを振る。</p> <p>3.4.8. 2 層に分離した後に、GC によって各々のサンプルのトルエン層（上層）を分析する。</p> <p>3.5. 分析</p> <p>3.5.1. GC 条件と情報</p> <p>カラム温度：250 °C</p> <p>注入器： 225 °C</p> <p>検出器： 300 °C</p> <p>ガス流量：キャリアガス 2.3 ml/min 水素（35 kPa ヘッド圧） メイクアップガス 45 ml/min 窒素</p> <p>注入量：1.0 μL</p> <p>スプリット比： 100 : 1</p> <p>カラム：SPB-5, 膜厚 1.0 μm, 15-m × 0.32-mm i.d. フューズドシリカ カラム（スぺルコ社）</p> <p>誘導体化物の保持時間：MOCA, 4.2 min</p> <p>クロマトグラム：セクション 4.10 を参照</p> <p>3.5.2. インテグレータまたは他の適切な手法によりピーク面積または高さを測定する。</p> <p>3.5.3. サンプル毎の対象物の標準物質注入量（μg）とレスポンス（ピーク面積又は高さ）をプロットして検量線を描く。</p>	<p>heptafluorobutyric acid that is formed.</p> <p>3.4.7. Recap and shake the vials for 10 s.</p> <p>3.4.8. After allowing the two layers to separate, analyze the toluene (upper) layer of each sample by GC.</p> <p>3.5. Analysis</p> <p>3.5.1. GC conditions and information</p> <p>zone temperatures: column, 250°C</p> <p>injector, 225°C</p> <p>detector, 300°C</p> <p>gas flows: column 2.3 mL/min hydrogen (35 kPa head pressure) make up 45 mL/min nitrogen</p> <p>injection volume: 1.0 μL</p> <p>split ratio: 100:1</p> <p>column: SPB-5, 1.0-μm film, 15-m × 0.32-mm i.d. fused silica (Supelco, Inc.)</p> <p>retention times of derivatives:</p> <p>o-Dianisidine, 5.5 min</p> <p>MOCA, 4.2 min</p> <p>o-tolidine, 3.9 min</p> <p>chromatograms: Section 4.10</p> <p>3.5.2. Measure peak areas or heights by use of an integrator or by other suitable means.</p> <p>3.5.3. Construct a calibration curve by plotting response (peak areas or heights) of standard injections versus micrograms of analyte per sample.</p>
---	--

<p>3.6. 妨害物質（分析上）</p> <p>3.6.1. HFAA 誘導体化物と同じ時間に検出されるどんな物質も潜在的に妨害となる。試料が誘導体化される前に、インダストリアルハイジニストから提出されたサンプルとともに研究所に報告される疑わしい干渉は考慮しなければならない。</p> <p>3.6.2. GC パラメータは、おそらく妨害を回避するために変更される場合がある。</p> <p>3.6.3. 一種のカラムの保持時間も、化学物質の同定の証明とは考えられない。分析された物質の同定は、できれば GC/MS で確認すべきである。</p> <p>3.7. 計算</p> <p>分析された物質の濃度は、サンプルごとに分析された物の検量線から得られる。分析された物がブランクでも検出されるならば、その量はサンプル量から引く。空気中の濃度は、以下の手法を用いて計算される。</p> <p>$\mu\text{g}/\text{m}^3 = (\text{サンプルごとの分析物の } \mu\text{g}) (1000) / (\text{採気量 L}) (\text{抽出効率})$</p> <p>抽出効率：95.7% (MOCA)</p> <p>$\text{ppb} = (\mu\text{g}/\text{m}^3) (24.46) / (\text{対象物の分子量})$</p> <p>25°C、760mm Hg でのモル体積（リットル）は 24.46。MOCA 分子量 267.2</p>	<p>Bracket sample concentrations with standards.</p> <p>3.6. Interferences (analytical)</p> <p>3.6.1. Any compound that elutes in the same general time as the HFAA derivative of the amine of interest is a potential interference. Suspected interferences reported to the laboratory with submitted samples by the industrial hygienist must be considered before samples are derivatized.</p> <p>3.6.2. GC parameters may be changed to possibly circumvent interferences.</p> <p>3.6.3. Retention time on a single column is not considered proof of chemical identity. Analyte identity should be confirmed by GC/MS if possible.</p> <p>3.7. Calculations</p> <p>The analyte concentration for samples is obtained from the calibration curve in micrograms of analyte per sample. If any analyte is found on the blank, that amount is subtracted from the sample amounts. The air concentrations are calculated using the following formulae.</p> <p>$\mu\text{g}/\text{m}^3 = (\text{micrograms of analyte per sample}) (1000) / (\text{liters of air sampled}) (\text{extraction efficiency})$</p> <p>where extraction efficiencies are:</p> <p>97.2% (o-Dianisidine) 、95.7% (MOCA)、99.2% (o-Tolidine)</p> <p>$\text{ppb} = (\mu\text{g}/\text{m}^3) (24.46) / (\text{molecular weight of analyte})$</p> <p>where 24.46 is the molar volume (liters) at 25°C and 760 mm Hg</p> <p>molecular weights are: 244.3 (o-Dianisidine), 267.2 (MOCA), 212.3</p>
--	--

<p>3. 8. 安全防護措置（分析上）</p> <p>3. 8. 1. 警告。MOCA は、ヒトに発がん性がある。純粋な化合物と高濃度の標準溶液の使用は管理された場所に制限すること。</p> <p>3. 8. 2. すべての化学製品の皮膚接触と吸入を避けること。できれば化学製品の使用を換気フード内に制限する。研究室では、安全眼鏡と研究室コートを着用する。</p>	<p>(o-Tolidine)</p> <p>3.8. Safety precautions (analytical)</p> <p>3.8.1. CAUTION. THESE AROMATIC AMINES ARE OR SHOULD BE CONSIDERED CARCINOGENIC TO HUMANS. Restrict use of pure compounds and concentrated standards to regulated areas.</p> <p>3.8.2. Avoid skin contact and inhalation of all chemicals. Restrict the use of chemicals to a fume hood if possible. Wear safety glasses and a lab coat while in the lab area.</p>
<p>4. バックアップデータ 略</p> <p>5. 参考文献 略</p>	<p>4. Backup Data</p> <p>5. References</p>